

**Method for the production of 1,1,1-trifluoro-2,2-dichloroethane by photochlorination.**

Patent Number: EP0407989  
Publication date: 1991-01-16  
Inventor(s): CREMER HANS ROBERT DR (DE); SIEGEMUND GUENTER DR (DE); SCHNAUBER MARTIN DR (DE)  
Applicant(s):: HOECHST AG (DE)  
Requested Patent: ☐ EP0407989  
Application Number: EP19900113194 19900711  
Priority Number(s): DE19893923255 19890714  
IPC Classification: C07C17/10 ; C07C19/08  
EC Classification: C07C17/10  
Equivalents: ☐ DE3923255, ☐ JP3052831

---

**Abstract**

---

The invention relates to a method for the production of 1,1,1-trifluoro-2,2-dichloroethane in which the photochlorination is carried out in the liquid phase. In this method, the liquid phase can be maintained by means of pressure and/or cooling. The reaction temperatures are preferably -80 DEG C to +80 DEG C.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office eur péen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 407 989 A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

*fallenberg*

(21) Anmeldenummer: 90113194.6

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>: **C07C 17/10, C07C 19/08**

(22) Anmeldetag: 11.07.90

(30) Priorität: 14.07.89 DE 3923255

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
16.01.91 Patentblatt 91/03

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

*fallenberg* (71) Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT**  
**Postfach 80 03 20**  
**D-6230 Frankfurt am Main 80(DE)**

(72) Erfinder: **Cremer, Hans Robert, Dr.**  
**Pappelstrasse 1**  
**D-5014 Kerpen(DE)**  
Erfinder: **Siegemund, Günter, Dr.**  
**Frankfurter Strasse 21**  
**D-6238 Hofheim am Taunus(DE)**  
Erfinder: **Schnauber, Martin, Dr.**  
**Am Forsthaus 1**  
**D-6238 Hofheim am Taunus(DE)**

(54) Verfahren zur Herstellung von 1,1,1-Trifluor-2,2-dichlorethan durch Photochlorierung.

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 1,1,1-Trifluor-2,2-dichlorethan, wobei die Photochlorierung in flüssiger Phase durchgeführt wird. Dabei kann die flüssige Phase durch Druck und/oder Kühlung aufrechterhalten werden. Die Reaktionstemperaturen betragen vorzugsweise -80 °C bis +80 °C.

EP 0 407 989 A1

Lösungsmittel in einer mit einem Kühler versehenen Belichtungsapparatur vorgelegt und elementares Chlor unter Belichtung in die Flüssigkeit eingeleitet, wobei sich das Chlor löst und umgehend abreagiert.

Diese Anordnung hat gegenüber der Gasphasenchlorierung den Vorteil, daß die Abtrennung des gebildeten Chlorwasserstoffs wesentlich leichter ist, da der Chlorwasserstoff gasförmig entweicht und destillativ weitgehend abgetrennt werden kann.

Das Molverhältnis Chlor/R 133a sollte im allgemeinen etwa 0,02-1,0 betragen. Wenn hohe Selektivität erwünscht ist, wählt man vorzugsweise ein Molverhältnis von 0,02-0,4. Falls dagegen hoher Umsatz erwünscht ist, wählt man vorzugsweise ein Molverhältnis von 0,4-1,0.

Geeignete Strahlungsquellen sind beispielsweise Metalldampflampen, Edelgasentladungslampen oder Sonnenlicht. Voraussetzung ist nur, daß die Lichtquelle zwischen 2500 Angström und 5200 Angström ein Strahlungsmaximum aufweist.

Das erfindungsgemäße Verfahren läßt sich auch kontinuierlich gestalten, indem am Boden des Belichtungsgefäßes 1,1,1-Trifluor-2-chlorethan und Chlor zugeführt werden und die Produkte durch einen Überlauf kontinuierlich entnommen werden.

In den folgenden Beispielen wird die Erfindung näher erläutert.

Die Produktzusammensetzungen wurden gaschromatographisch analysiert und zusätzlich  $^{19}\text{F}$ - und  $^1\text{H}$ -NMR-spektroskopisch identifiziert. Die angegebenen Prozentangaben sind Gewichtsprozente.

## Beispiel 1:

In einem mit einer 150 W Quecksilber-Hochdrucklampe und einem Tieftemperaturkühler ( $-76^\circ\text{C}$ ) versehenen Chlorierungsgefäß (800 ml) wurden unter Kühlung 830 g 1,1,1-Trifluor-2-chlorethan (R 133a) einkondensiert. Unter Belichtung und Rühren wurden 105 g/h Chlor gasförmig in feinverteilter Form am Boden des Gefäßes zugeführt, wobei der Chlorwasserstoff gasförmig über Kopf entwich. Mit Hilfe einer Kühlung wurde die Reaktionstemperatur während des Versuches konstant gehalten. Nach Einleiten der entsprechenden Chlormenge erfolgte die Produktcharakterisierung und die destillative Aufarbeitung.

Die Versuchsergebnisse bei unterschiedlicher Chlordosierung sind in der nachfolgenden Tabelle aufgeführt.

	Molverhältnis Chlor/R 133a					
	0,1	0,2	0,4	0,5	0,7	0,9
Temperatur ( $^\circ\text{C}$ )	-10	-10	-10	-10	-10	-10
Reaktionszeit(min)	29	57	114	142	199	255
Edukte:						
CF <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> Cl (g)	830	830	830	830	830	830
Chlor (g)	50	99	199	248	348	447
Produkte:						
CF <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> Cl (%)	87,6	76,8	59,3	52,1	38,3	28,4
CF <sub>3</sub> -CHCl <sub>2</sub> (%)	11,4	20,1	31,4	34,9	38,7	38,7
CF <sub>3</sub> -CCl <sub>3</sub> (%)	1,0	3,1	9,2	12,9	22,9	32,8
Umsatz:						
Chlor (%)	>99	>99	>99	>99	>99	>99
R 133a (%)	9,8	18,6	33,7	40,1	53,7	64,2
Selektivität:						
R 123 (%)	92,0	86,6	77,1	72,9	62,7	54,0

## Beispiel 2:

chlorethan, dadurch gekennzeichnet, daß die Photochlorierung in flüssiger Phase durchgeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die flüssige Phase durch Druck und/oder Kühlung aufrechterhalten wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die flüssige Phase durch ein Lösungsmittel  
5 gebildet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Lösungsmittel ein Chlorkohlenwasserstoff, ein Fluorkohlenwasserstoff oder ein Fluorchlorkohlenwasserstoff eingesetzt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Lösungsmittel Tetrachlormethan oder 1,1,1-Trichlor-2,2,2-trifluorethan eingesetzt wird.

10 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren bei Temperaturen von - 80 °C bis + 80 °C durchgeführt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren bei Temperaturen von - 30 °C bis + 25 °C durchgeführt wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die für die Photochlorierung  
15 verwendete Lichtquelle ein Strahlungsmaximum zwischen 2500 Angström und 5200 Angström aufweist.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Chlor/1,1,1-Trifluor-2-chlorethan-Molverhältnis 0,02 bis 1,0 beträgt.

20

25

30

35

40

45

50

55